РУСАЛ
ИТЦ

ОБЩЕСТВО С ОГРАНИЧЕННОЙ ОТВЕТСТВЕННОСТЬЮ
«ОБЪЕДИНЕННАЯ КОМПАНИЯ РУСАЛ
ИНЖЕНЕРНО-ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ ЦЕНТР»

Адрес: 660111, Российская Федерация, г. Красноярск, ул. Пограничников, д. 37, строение 1

Утверждаю:

Генеральный директор
ООО «РУСАЛ ИТЦ»

Д.Н. Макаров

«25» 12 2015 г.

ПРОМЫШЛЕННЫЕ ВЫБРОСЫ ЗАГРЯЗНЯЮЩИХ ВЕЩЕСТВ В АТМОСФЕРУ

МЕТОДИКА ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ПЫЛИ В ГАЗАХ ОРГАНИЗОВАННЫХ ИЗА

МИ ПрВ-2015/3

Взамен МВИ № ПрВ 2000/4

Директор департамента экологии ОП
ООО «РУСАЛ ИТЦ» в г. Санкт-Петербурге

В.С. Буркат

Методика аттестована во ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»
(аттестат аккредитации № 01.00250)
адрес: 190005, Россия, г. Санкт-Петербург, Московский пр., 19

Свидетельство об аттестации методики измерений
№ 721/242-(01.00250)-2015 от 14.12.15

КОПИЯ ВЕРНА
КРИВОПАЛОВА А Г

Санкт-Петербург,
Красноярск
2015

gost.e-ecolog.ru

1 Назначение и область применения

1.1 Настоящий документ устанавливает методику измерений массовой концентрации пыли в пробах промышленных выбросов в атмосферу гравиметрическим методом.

1.2 Методика предназначена для контроля выбросов в атмосферу при производстве алюминия, глинозема, анодной массы, обожженных анодов, кремния и вспомогательных производств.

1.3 Диапазон измерений массовой концентрации пыли и относительная расширенная неопределенность измерений приведены в таблице 1.

2 Нормативные ссылки

ГОСТ 12.1.007-76 ССБТ Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности.

ГОСТ 12.1.018-93 ССБТ Пожаровзрывобезопасность статического электричества. Общие требования.

ГОСТ 12.1.019-79 ССБТ Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты.

ГОСТ 12.1.004-91 ССБТ Пожарная безопасность. Общие требования.

ГОСТ Р 8.563-2009 ГСИ. Методики выполнения измерений.

ГОСТ Р 52361-2005 Контроль объекта аналитический. Термины и определения.

ГОСТ 53228-2008 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания.

ГОСТ 7328-82 Гири. Общие технические условия.

ГОСТ 2405-88 Манометры, вакуумметры, мановакуумметры, напоромеры, тягомеры и тягонапоромеры. Общие технические условия.

ГОСТ 28498-90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний.

ГОСТ 3399-76 Трубки медицинские резиновые. Технические условия.

ГОСТ 25336-82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры.

ГОСТ 30102-93 Волокна химические. Термины и определения.

ГОСТ 6613-86 Сетки проволочные тканные с квадратными ячейками. Технические условия.

ГОСТ 8984-75 Силикагель -индикатор. Технические условия

ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия.

ГОСТ 22261-94 Средства измерения электрических и магнитных величин. Общие технические условия.

ГОСТ 18300-87 Спирт этиловый ректификационный технический. Технические условия.

СП 2528-82 Санитарные правила для предприятий цветной металлургии.

ГОСТ 17.2.4.06-90 Охрана природы. Атмосфера. Методы определения скорости и расхода газопылевых потоков, отходящих от стационарных источников загрязнения.

ГОСТ 17.2.4.07-90 Охрана природы. Атмосфера. Методы определения давления и температуры газопылевых потоков, отходящих от стационарных источников загрязнения.

ГОСТ 17.2.3.02-78. Охрана природы. Атмосфера. Правила установления допустимых выбросов вредных веществ промышленными предприятиями.

3 Термины и определения

Термины и определения, используемые в настоящей методике, соответствуют приведенным в ГОСТ Р 8.563 и ГОСТ Р 52361.

4 Показатели точности измерений

4.1 Диапазон измерений массовой концентрации компонента и относительная расширенная неопределенность приведены в таблице 1.

Таблица 1 - Метрологические характеристики

Диапазон измерений массовой концентрации пыли, мг/м^3	Относительная расширенная неопределенность измерений при коэффициенте охвата k =2 U^0, %
От 10,0 до 10,0·10^3 включ.	25

Примечание – Относительная расширенная неопределенность измерений при коэффициенте охвата k=2.[1] соответствует границам относительной суммарной погрешности измерений (±δ, %)

4.2 Метрологические характеристики методики соответствуют обязательным метрологическим требованиям, указанным в Приказе Министерства природных ресурсов и экологии РФ № 425 от 07.12.2012 г.

5 Требования к средствам измерений, вспомогательным устройствам, реактивам и материалам

5.1 Средства измерений

5.1.1 Весы лабораторные общего назначения с пределами допускаемой погрешности не более ± 1 мг по ГОСТ Р 53228

5.1.2 Гири по ГОСТ 7328.

5.1.3 Вакуумметр пружинный типа ВП2-У по ГОСТ 2405, диапазон от -1 до 0 кгс/см^2, класс точности 1,5.

5.1.4 Термометр контактный цифровой типа ТК-5.11, диапазон измерений от -40 °С до 100 °С, с пределами допускаемой погрешности ± 0,5 °С, диапазон измерений свыше 100 °С, пределы допускаемой погрешности ±(0,5+Р^2).

5.1.5 Ротаметр типа ЭМИС-МЕТА 210Р, диапазон от 2 до 20 дм^3/мин, пределы допускаемой погрешности ± 4 %.

5.1.6 Метеометр типа МЭС-200А, диапазон измерений от 80 до 110 кПа, с пределами допускаемой погрешности ±0,3 кПа при температуре от 0 до 60 °С и ±1,0 кПа при температуре от -20 до 0 °С.

5.1.7 Секундомер механический не ниже 3 класса точности, цена деления секундной шкалы 0,2 с, пределы допускаемой погрешности ± 4,8 с.

5.1.8 Аспирационное устройство для отбора проб воздуха типа АЦ-2С (или аналогичное) с пределом допускаемой погрешности не более ±5 %.

5.1.9 Манометр дифференциальный цифровой типа ДМЦ-01О диапазон измерений от 0 до 10000 Па, с пределами допускаемой погрешность ±3 Па при давлении от 0 до 500 Па и ±(1+0,005Р^3) Па при давлении от 500,1 до 10000 Па.

5.1.10 Тарированная пневмометрическая трубка по приложению А.

---

[1] Количественное описание неопределенности в аналитических измерениях. Руководство. ЕВРАХИМ/СИТАК, 2-ое издание, С-Пб, 2002.

[2] Р – единица наименьшего разряда.

[3] Р – единица наименьшего разряда.

Примечание - Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками не ниже указанных. Применяемые средства измерений должны быть поверены в установленные по ПР.50.2.006-94 сроки, иметь клеймо или свидетельство о поверке.

5.2 Вспомогательное оборудование и материалы

5.2.1 Трубки резиновые медицинские или полиэтиленовые диаметром 6 мм по ГОСТ 3399.

5.2.2 Сушильный шкаф с терморегулятором, обеспечивающий температуру нагрева до (150±10) °С типа LOIP LF по ТУ 4389-005-44330709-2009.

5.2.3 Волокно фторин по ГОСТ 30102.

5.2.4 Стружка фторопластовая шириной 0,5 мм, толщиной 0,1 мм.

5.2.5 Латунная сетка, диаметр проволоки 0,4 мм, размер ячейки 1 мм по ГОСТ 6613.

5.2.6 Аналитические фильтры аэрозольные АФА-ВП по ТУ 95 1892-89.

5.2.7 Эксикатор по ГОСТ 25336.

5.2.8 Пробоотборная трубка по приложению Б.

5.2.9 Ловушки по приложению В.

5.2.10 Поглотитель Рыхтера по приложению Г.

5.2.11 Патрон фильтровальный по приложению Д.

Примечание - Допускается использование вспомогательного оборудования и материалов других производителей, изготовленных по другой нормативно-технической документации, в том числе импортных.

5.3 Реактивы

5.3.1 Спирт этиловый по ГОСТ 18300.

5.3.2 Силикагель по ГОСТ 8984.

5.3.3 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Примечание - Допускается использование реактивов аналогичной или более высокой квалификации, изготовленных по другой нормативно-технической документации, в том числе импортных.

6 Метод измерений

Метод измерения основан на проведении следующих операций:

- доведения чистых фильтровальных патронов или фильтров АФА-ВП до постоянного веса, регистрация веса;
- отбор пробы воздуха (газопылевой смеси) с использованием фильтровального патрона с фильтром из фторопластовой стружки или фильтров АФА-ВП, при этом определяются параметры объекта анализа и отобранной пробы и регистрируется объемный расход воздуха при отборе пробы;
- доведения фильтровальных патронов или фильтров АФА-ВП до постоянного веса с отобранной пробой, регистрация веса;
- вычисление массы пыли в отобранной пробе;
- вычисление отобранного объема газовой пробы и приведение его к нормальным условиям;
- вычисление массовой концентрации пыли в пробе анализируемого объекта, как отношения массы пыли в пробе к объему пробы, приведенному к нормальным условиям (результат измерений).

Примечание - При отборе пыли недопустимо присутствие в газах паров органических растворителей.

7 Требования безопасности, охраны окружающей среды

7.1 При подготовке и выполнении измерений необходимо соблюдать требования охраны труда для операторов при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007 и ГОСТ

12.1.018, правила пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004, предусмотренные инструкциями, утвержденными в установленном порядке.

7.2 К работе по обслуживанию и эксплуатации приборов допускаются лица, ознакомленные с общими требованиями охраны труда по ГОСТ 12.1.019 и имеющие допуск по электробезопасности не ниже 2 квалификационной группы.

7.3 Помещение подготовки проб к измерению должно иметь постоянно действующую приточно-вытяжную вентиляцию с не менее чем трехкратным воздухообменом в час.

8 Требования к квалификации оператора

К отбору проб допускаются лица, имеющие высшее или среднее техническое или химическое образование, прошедшие инструктаж. К выполнению измерений и обработке их результатов допускаются лица, имеющие высшее или среднее химическое образование, прошедшие инструктаж, освоившие метод в процессе тренировки.

9 Требования к условиям выполнения измерений

9.1 При выполнении измерений массовой концентрации пыли в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия работы:

9.1.1 Температура окружающей среды (20±5) °С.

9.1.2 Относительная влажность воздуха – не более 80 % при температуре 25 °С.

9.1.3 Напряжение питания (220±22) В.

9.1.4 Частота переменного тока (50±1) Гц.

9.1.5 Атмосферное давление от 84 до 106,7 кПа (от 630 до 800 мм рт.ст.)

9.2 Параметры газовоздушной смеси в газоходе

9.2.1 Температура газопылевой смеси не выше 200 °С.

9.2.2 Присутствие капельной влаги недопустимо.

9.2.3 Линейная скорость газопылевого потока от 4 до 25 м/с.

9.2.4 Разряжение (давление) газа в газоходе от -10 кПа до 10 кПа.

Примечание- При наличие в газоходе капельной влаги отбор проб газа проводят по приложению Е.

9.3 Условия и параметры отбора проб

9.3.1 Отбор проб производится при температуре окружающей среды от -10 °С до 40 °С.

9.3.2 Атмосферное давление от 84 до 106,7 кПа (от 630 до 800 мм рт.ст.)

9.3.3 Внутренний диаметр (d, мм) носика пробоотборной трубки от 4 до 6 мм.

9.3.4 Разряжение (давление) газа у аспиратора от 10 кПа до 30 кПа.

9.3.5 Объёмный расход от 3 до 20 $дм^3$/мин.

9.3.6 В соответствии с требованиями ГОСТ 17.2.3.02-78.

10 Порядок подготовки к выполнению измерений

10.1 Подготовка эксикатора

Эксикатор на одну треть его конической части заполняют силикагелем. Безводный силикагель окрашен в синий цвет, а при поглощении влаги приобретает розовую окраску. Насыщенный силикагель регенерируют нагреванием при температуре не выше 200 °С.

10.2 Подготовка фильтровального патрона

При отборе проб сухих газов методом внутренней фильтрации при температуре до 80 °С возможно использование фильтровального патрона, изготовленного из полиэтилена, а при

температуре газа от 80 °С до 170 °С используются фильтровальные патроны, изготовленные из фторопласта.

Фильтровальный патрон набивают фторопластовой стружкой таким образом, чтобы при пропускании воздуха с объёмным расходом от 12,0 до 16 дм^3/мин, сопротивление патрона составляло от 10,6 до 13,3 кПа (от 80 до 100 мм рт.ст.). После фторопластовой стружки вкладывают фторин, далее вкладывается латунная сетка (для предотвращения механических потерь).

Перед отбором пробы патрон должен быть доведён до постоянного веса. Повторное взвешивание проводят через сутки. Патрон считается доведённым до постоянного веса, если разность между двумя результатами взвешивания составляет не более 0,3 мг.

10.3 Подготовка фильтров АФА-ВП

10.3.1 Берут упаковочный лист с фильтрами АФА-ВП, надрезают ножницами верхнюю плёнку на ячейках с фильтрующими элементами и защитными кольцами.

10.3.2 Вынимают из ячейки необходимое количество фильтрующих элементов, помещают в эксикатор, подготовленный по 10.1 и выдерживают в течение двух часов.

10.3.3 Отделяют с помощью пинцета фильтрующий элемент от бумажной прокладки и взвешивают его на аналитических весах. При взвешивании необходимо следить за тем, чтобы фильтрующий элемент находился в центре чашки весов. Массу фильтра и его порядковый номер записывают в рабочий журнал. Вынимают из ячейки упаковочного листа один комплект защитных колец, раскрывают и вкладывают внутрь взвешенный фильтрующий элемент так, чтобы его края не выступали за пределы колец. Кольца закрывают. На кольце пишут номер и массу фильтра. Повторное взвешивание проводят на следующий день. Масса фильтра считается постоянной, если разность между двумя результатами взвешивания не более 0,1 мг.

10.3.4 Собирают таким же образом остальные аналитические фильтры, повторяя при этом операции по 10.3.2, 10.3.3.

10.3.5 Доведенные до постоянного веса фильтры хранят в эксикаторе, подготовленном по 10.1.

10.3.6 Взвешенный до постоянного веса фильтр с защитными кольцами помещают в закрытый фильтродержатель, который тщательно герметизируют. На фильтродержателе стрелкой помечают направление потока газа.

10.3.7 Подготовленные фильтродержатели помещают в ящик для транспортировки к месту отбора.

10.4 Подготовка места отбора

Выбирают прямолинейный (при отборе проб влажных газов - лучше вертикальный) участок газохода, удалённый от вентилятора и регулирующих устройств. Длина участка должна быть не менее восьми диаметров, из них до сечения, где проводятся замеры, не менее пяти диаметров и после него не менее трех диаметров. При отсутствии прямолинейных участков необходимой длины допускается расположение мерного сечения в месте, делящем выбранный для измерения участок в отношении 3:1 в направлении движения воздуха. На выбранном месте приваривают штуцера, изготовленные из стальных труб диаметром 40 мм и длиной от 40 до 50 мм. На расстоянии от 30 до 70 мм выше штуцера приваривают пруток диаметром от 8 до 10 мм и длиной около 1 м для крепления оборудования. Штуцера привариваются по двум взаимно перпендикулярным осям. К месту отбора должен быть подведен побудитель расхода (вакуумная линия, сжатый воздух с эжектором, вакуумный насос) или розетки с напряжением 220 В (в случае использования аспиратора или вакуумного насоса), электроосвещение. При наличии постоянного места отбора проб оно должно быть

оборудовано будкой или навесом. При отборе проб в зимнее время будка должна быть обогреваемой.

При определении массовой концентрации пыли в газе после газоочистных установок и равномерном распределении скоростей газа по измерительному сечению (неравномерность скоростей не превышает 15 %), а также при отборе проб неочищенных газов, не содержащих крупной пыли (с диаметром частиц более 10 мкм) отбор проб производят в центре измерительного сечения. В остальных случаях отбор проб производят в центрах равновеликих колец по двум взаимно перпендикулярным диаметрам (в газоходах круглого сечения) или в центрах равновеликих участков (в газоходах прямоугольного сечения). Для этого площадь поперечного сечения круглых газоходов условно делят на равновеликие участки (кольца). Точки измерения находятся на двух взаимно перпендикулярных диаметрах, пересекающихся в центре измерительного сечения. Схема распределения точек замеров приведена в приложении Ж.

Количество участков и точек измерения в зависимости от диаметра газохода приведено в таблице 2.

Таблица 2 – Количество участков и точек измерения

Диаметр газохода D, м	Количество равновеликих участков	Количество точек измерения по одному диаметру
до 0,5	1	1
от 0,5 до1 включ.	2	3
>1	3	5

Расстояние точки измерения от наружного края штуцера в мм определяют по формуле:

$$L = K \cdot D + h + \delta, \quad (1)$$

где K – коэффициент, определяемый по таблице 3;
D – внутренний диаметр газохода, мм;
h – высота штуцера, мм;
δ – толщина стенки газохода, мм.

Таблица 3 - Значения коэффициента К

Количество равновеликих участков		
1	2	3
0,5	0,147 0,50 0,854	0,067 0,25 0,50 0,75 0,933

Соответствующим образом размечают пробоотборную трубку.

Для прямоугольного сечения площадь поперечного сечения разбивают на ряд равновеликих участков. Точки измерений находятся на пересечении диагоналей равновеликих участков. Схема распределения точек замеров приведена в приложении З.

Количество участков и точек измерений в зависимости от размеров газохода приводится в таблице 4.

Таблица 4 - Количество участков и точек измерения

Геометрический размер (А или В), м	Количество равновеликих участков
<0,5	1
от 0,5 до1 включ.	2
>1	3

11 Отбор пробы

11.1 Расчет объемного расхода газа

Перед отбором пробы определяют динамический напор газа в заданной точке газохода, температуру и давление (разряжение) газа по ГОСТ 17.2.4.06-90 и ГОСТ 17.2.4.07-90.

Проводят предварительный расчёт объёмного расхода газа ($Q_Г$, дм^3/мин) при отборе пробы по формуле:

$$Q_Г = \frac{3{,}14 \cdot d^2 \cdot 10^{-4} \cdot w_Г \cdot 10 \cdot 60}{4} = 4{,}71 \cdot 10^{-2} \cdot d^2 \cdot w_Г, \quad (2)$$

где d - диаметр носика пробоотборной трубки (от 4 до 6 мм);

$w_г$- линейная скорость газа в газоходе, м/с.

После прохождения газопылевой смеси через всю пробоотборную систему ее объем изменяется за счёт изменения температуры и сопротивления у ротаметра. Объемный расход газа, проходящий через ротаметр, и выставляемый на ротаметре, рассчитывают по формуле:

$$Q_р = \frac{Q_Г \cdot (273 + t_р) \cdot (P \pm \Delta P_Г)}{(273 + t_Г) \cdot (P - \Delta P_р)}, \quad (3)$$

где $Q_р$ - объёмный расход газа, выставляемый на ротаметре, дм^3/мин;

$t_р$ - температура газа у ротаметра, °С;

$t_г$ - температура газа в газоходе, °С;

Р - атмосферное давление, кПа;

$\Delta P_г$ - избыточное давление (+), разрежение (-) в газоходе, кПа;

$\Delta P_р$ - разрежение у ротаметра, кПа.

Объёмный расход должен быть не выше 20 дм^3/мин (при использовании аспиратора не выше 15 дм^3/мин).

При отборе проб по сечению газохода измеряют динамический напор в каждой точке измерения и вычисляют соответствующие значения объемного расхода $Q_Р$.

При отборе пробы в центре газохода измеряют динамический напор в центре газохода и вычисляют соответствующее значение объемного расхода $Q_Р$.

11.2 Отбор проб внутренней фильтрацией

Собирают схему пробоотбора в соответствии с приложением И.

Фильтровальный патрон соединяют с пробоотборной трубкой. Далее подсоединяют к отдельному ротаметру.

Собранную схему отбора проверяют на герметичность.

Для этого до ввода пробоотборной трубки в газоход устанавливают расход газа около 5 дм^3/мин по ротаметру и закрывают носик фильтровального патрона. При соблюдении

герметичности поплавок по шкале ротаметра должен опуститься до нуля. Если этого не происходит, ищут причину не герметичности и устраняют ее.

Если в анализируемых газах содержится фтористый водород, следует вставить в схему (до ротаметра) поглотитель (например, поглотитель Рыхтера), заполненный дистиллированной водой, и ловушку для капель – для предотвращения разъедания стеклянных частей пробоотборных устройств.

При открытом кране перед вакуумметром с помощью второго крана на ротаметре выставляют расчетное значение $Q_р$.

В связи с тем, что сопротивление фильтровального патрона по мере забивания его пылью растёт, краном, установленным перед вакуумметром, в начале отбора создают дополнительное сопротивление 20 кПа, уменьшением которого в процессе отбора компенсируют рост сопротивления системы. Регулируя положения кранов, поддерживают постоянными объемный расход $Q_р$ и показания вакуумметра.

Продолжительность отбора пробы 20 минут. Во время отбора фиксируют атмосферное давление, температуру газа в газоходе, температуру газа около ротаметра и разрежение (давление) в системе. Также фиксируют номер фильтровального патрона.

При отборе пробы в центре газохода вводят пробоотборную трубку в центр газохода таким образом, чтобы наконечник трубки был расположен по ходу газового потока. Выдерживают в течение 10 минут, после чего поворачивают трубку таким образом, чтобы наконечник был направлен навстречу газовому потоку (допустимое отклонение от соосности 5°).

При необходимости отбора проб по сечению газохода (отсутствие прямого участка, большом сечении газохода) определяют время отбора в каждой точке, деля общее время отбора пробы на количество точек измерения по данному диаметру. Количество точек определяется по 10.4. Затем вводят пробоотборную трубку с фильтровальным патроном в газоход, устанавливают носик патрона в первую точку измерения. Выдерживают трубку в газоходе при направлении носика по ходу газа от 10 до 15 минут. Затем поворачивают носик навстречу потоку газа (допустимое отклонение от соосности 5°), включают побудитель расхода и устанавливают по ротаметру заданную величину расхода газа и разрежение. По истечении времени пробоотборную трубку быстро передвигают в следующую точку и корректируют объемный расход и показания вакуумметра, проходят таким образом все точки в измеряемом направлении. Аналогично проводят отбор проб по второму диаметру (направлению).

После окончания отбора пробы отключают побудитель расхода, вынимают пробоотборную трубку и патрон, отсоединяют патрон. Патроны, закрытые с обеих сторон ватными тампонами, протирают спиртом и складывают в конверт. Конверты с пробами упаковывают в чёрную бумагу и полиэтилен, маркируют и передают в лабораторию на анализ. Срок хранения проб тридцать дней (в тёмном прохладном месте).

Примечание - Отбор проб с использованием метода внутренней фильтрации рекомендуется использовать при температуре газопылевого потока в газоходе выше 80 °С, а так же при ожидаемой массовой концентрации пыли выше $1{,}0 \cdot 10^3$ мг/м^3. Продолжительность отбора пробы допускается увеличить до 60 мин при ожидаемой массовой концентрации пыли от 10 до 15 мг/м^3.

При ожидаемой массовой концентрации пыли выше $1{,}0 \cdot 10^3$ мг/м^3 допускается проводить отбор проб дискретным способом (два раза по 5 мин за 20-ти минутный интервал времени).

11.3 Отбор проб внешней фильтрацией

При отборе пыли на фильтры АФА-ВП собирают схему пробоотбора в соответствии с приложением К или Л (при использовании аспиратора). Пробоотборную трубку соединяют с фильтродержателем, в который помещён фильтр АФА-ВП. Далее подсоединяют отдельный ротаметр или аспиратор. Проверяют герметичность собранной схемы. Для этого до ввода пробоотборной трубки в газоход устанавливают расход газа ~ 5 дм^3/мин по ротаметру и закрывают наконечник трубки. При соблюдении герметичности поплавок ротаметра должен

опуститься до нуля. Если этого не происходит, ищут причину негерметичности и устраняют ее.

При открытом кране перед вакуумметром с помощью второго крана (регулятора расхода на аспираторе) на ротаметре выставляют расчетное значение $Q_р$.

Краном, установленным перед вакуумметром, в начале отбора создают дополнительное сопротивление 10 кПа уменьшением которого в процессе отбора компенсируют рост сопротивления системы. Регулируя положения кранов, поддерживают постоянными объемный расход $Q_р$ и показания вакуумметра.

При использовании аспиратора типа АЦ-2С задают значения объемного расхода $Q_р$ и требуемый общий объем пробы. Время отбора пробы будет отображаться на дисплее.

При использовании аспираторов другого типа устанавливают расчетное значение объемного расхода газа $Q_р$ и фиксируют продолжительность отбора пробы.

Продолжительность отбора пробы 20 минут. Во время отбора фиксируют атмосферное давление, температуру газа в газоходе, температуру газа около ротаметра и разрежение (давление) в системе. Также фиксируют номер фильтра.

После окончания отбора пробы отключают побудитель расхода, вынимают пробоотборную трубку. Приведя трубку в вертикальное положение, лёгким постукиванием по трубке отряхивают осевшую в трубке пыль на фильтр. Отсоединяют фильтродержатель, заглушают его с двух сторон, помещают в ящик для транспортировки. Фильтродержатель должен находиться в вертикальном положении запыленной стороной вверх.

Примечание - Отбор проб с использованием метода внешней фильтрации рекомендуется использовать при температуре газопылевого потока в газоходе до 80 °С, а так же при ожидаемой массовой концентрации пыли до $1{,}0 \cdot 10^3$ мг/м^3. Продолжительность отбора пробы допускается увеличить до 60 мин при ожидаемой массовой концентрации пыли от 10 до 15 мг/м^3.

12 Порядок выполнения измерений

12.1 Порядок выполнения измерений при отборе проб на фильтровальный патрон

12.1.1 Приготовление фильтровальных патронов, по 10.2.

12.1.2 Отбор проб по пункту 11.

12.1.3 В лаборатории патрон тщательно протирают снаружи этиловым спиртом и помещают в эксикатор для высушивания до постоянного веса. Повторное взвешивание проводят через сутки. Вес патрона считается постоянным, если разность между двумя результатами взвешивания не превышает 0,5 мг.

Минимально допустимое значение массы пыли – 8 мг.

12.2 Порядок выполнения измерений при отборе проб на фильтры АФА-ВП

12.2.1 Приготовление фильтров, по 10.3.

12.2.2 Отбор проб по пункту 11.

12.2.3 В лаборатории фильтр вынимают из фильтродержателя за защитное кольцо и кладут его на чистый лист бумаги запыленной стороной вверх. Выдерживают на воздухе от 1 до 2 часов при тех же условиях, при которых проводилось первоначальное взвешивание фильтра. Для удаления капельной влаги с фильтра его необходимо предварительно выдержать в эксикаторе до постоянного веса.

Далее фильтр складывают вчетверо запыленной стороной внутрь и помещают его в центр чашки весов и взвешивают. Взвешивание фильтра до отбора пробы и после должно проводиться одним и тем же сотрудником, при одинаковых условиях. Контрольное взвешивание проводят на следующий день. Вес считается постоянным, если разность между двумя результатами взвешивания не превышает 0,5 мг.

Минимально допустимое значение массы пыли – 8 мг.

13 Вычисление и обработка результатов измерений

13.1 Массовую концентрацию пыли в пробе промышленных выбросах в мг/м^3 вычисляют по формуле:

$$C = \frac{m}{V_0}, \quad (4)$$

где m - масса пыли в отобранной пробе газа, вычисленная по формуле (5), мг;

V_0 – объем отобранной пробы газа, приведенный к нормальным условиям, вычисленный по формуле (6), м^3.

13.2 Массу пыли в отобранной пробе в мг вычисляют по формуле:

$$m=(m_п-m_0), \quad (5)$$

где $m_п$ – масса фильтровального патрона или фильтра АФА-ВП после отбора, мг;

m_0 – масса фильтровального патрона или фильтра АФА-ВП до отбора, мг;

13.3 Объём отобранной пробы газа (V_0, м^3), приведённый к нормальным условиям (T_0=273 К, P_0=760 мм рт.ст., сухой газ), рассчитывают по формуле:

$$V_0 = Q_p \cdot \tau \cdot \frac{T_0 \cdot (P \pm \Delta P_p)}{P_0 \cdot (273 + t_p) \cdot 1000}, \quad (6)$$

где Q_p – объёмный расход воздуха, выставленный на ротаметре, при отборе пробы, дм^3/мин;

τ – продолжительность отбора, мин;

t_p - температура газа у ротаметра, °С;

P - атмосферное давление, кПа;

ΔP_p - разрежение у ротаметра, кПа.

1000 – коэффициент пересчета дм^3 в м^3.

Примечание – За результат измерений принимают значение содержания аналита в пробе, полученное при однократной реализации процедуры отбора анализа пробы.

14 Оформление результатов измерений

14.1 Полученное значение массовой концентрации пыли округляют до разряда, который получается при вычислении значения абсолютной расширенной неопределенности измерений (абсолютной суммарной погрешности измерений) следующим образом:

- если значащая цифра значения абсолютной расширенной неопределенности измерений начинается с 1 или 2, то при округлении вычисленного значения неопределенности, оставляют две значащие цифры,
- если с 3 и выше, оставляют одну значащую цифру.

Результат измерений массовой концентрации пыли в пробе анализируемого объекта в полном формате записывают как:

$$(C \pm 0{,}01 \times U^0 \times C) \text{ мг/м}^3 \text{ при } P=0{,}95 \text{ или } C \text{ мг/м}^3, U^0 \text{ \% при } k = 2, \quad (7)$$

где С – массовая концентрация пыли, вычисленная по формуле (4), мг/м^3 при н.у;

U^0 – относительная расширенная неопределенность измерений, %, указана в таблице 1.

Примеры записи:

(8 ± 2); (100 ± 25); (3,2 ± 0,8))·10³; (10,0 ± 2,5)·10³ мг/м³ при н.у.
допускается запись, например:
3,2·10³ мг/м³ при н.у., U⁰ = 25 %
или
3,2·10³ мг/м³ при н.у., δ=± 25 %

15 Контроль точности измерений

15.1 Контроль сходимости результатов измерений

Контроль сходимости результатов измерений обязательно проводится при освоении методики, и периодически в соответствии с планом принятым лабораторией, а также при сомнении в правильности полученных результатов измерений.

Образцами для контроля являются две пробы газа, отбираемые одновременно в одной точке (зоне) с использованием двух наборов оборудования и анализируемые с точной прописью методики. Получают два результата измерения (C_1 и C_2), которые могут отличаться друг от друга на величину, не большую величины допускаемых расхождений между результатами анализа:

$$\frac{|C_1 - C_2| \cdot 2}{C_1 + C_2} \cdot 100 \le K_{ск}, \qquad (8)$$

где C_1 и C_2 – массовая концентрация пыли в пробе анализируемого объекта, результаты измерений одновременно отобранных проб газа, мг/м³;

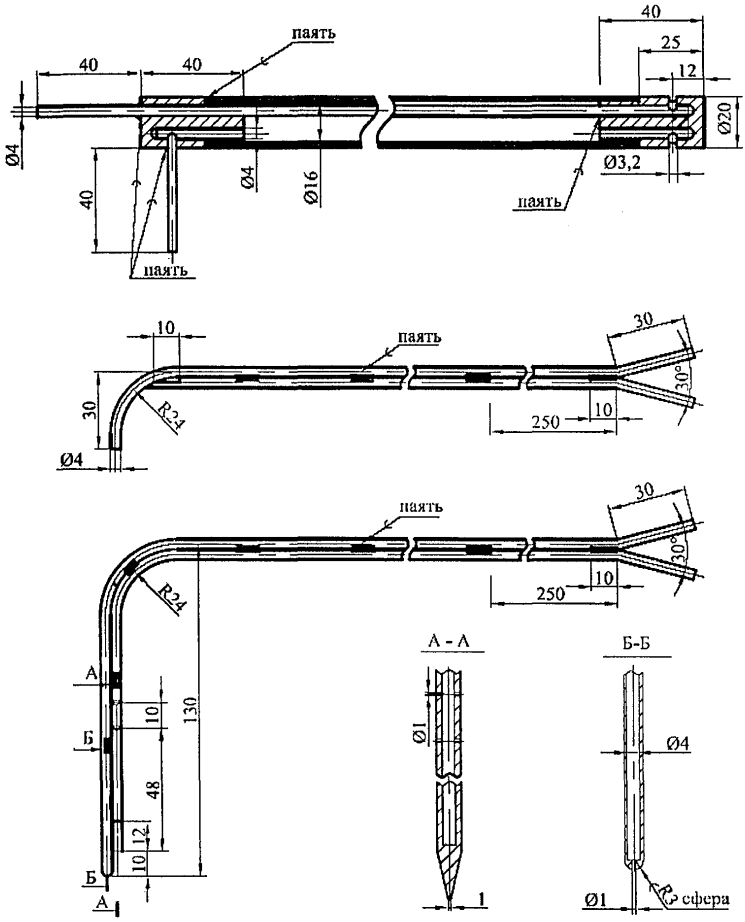
$K_{СХ}$ – норматив контроля, %.

$K_{СХ}$ =20 %.

Контроль проводится при освоении методики, по требованию контролирующих организаций, а также по указанию руководства лаборатории.

Приложение А
«справочное»

Схема пневмометрической трубки



Температура среды	Материал трубки	Пайка (припой)
до 100 С	латунь	ПОС
свыше 100 С	латунь	серебряный

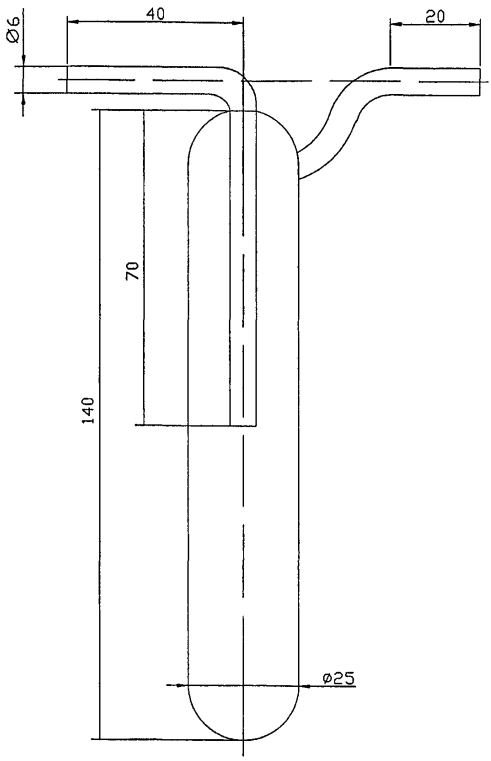
Приложение Б
«справочное»

Эскиз пробоотборной трубки



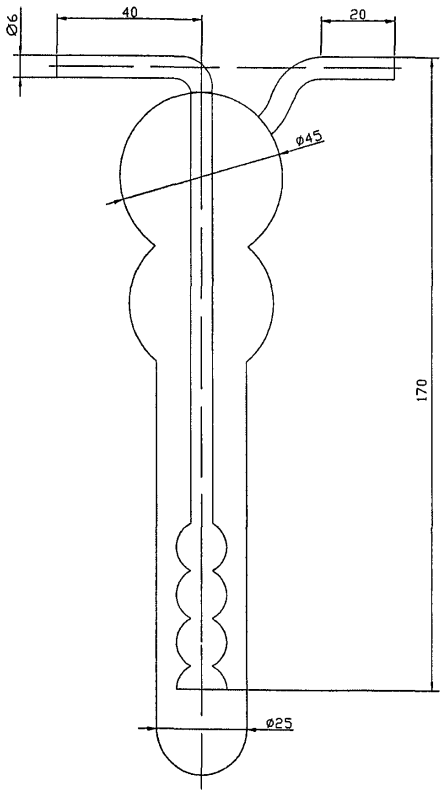
Приложение В
«справочное»

Эскиз ловушки



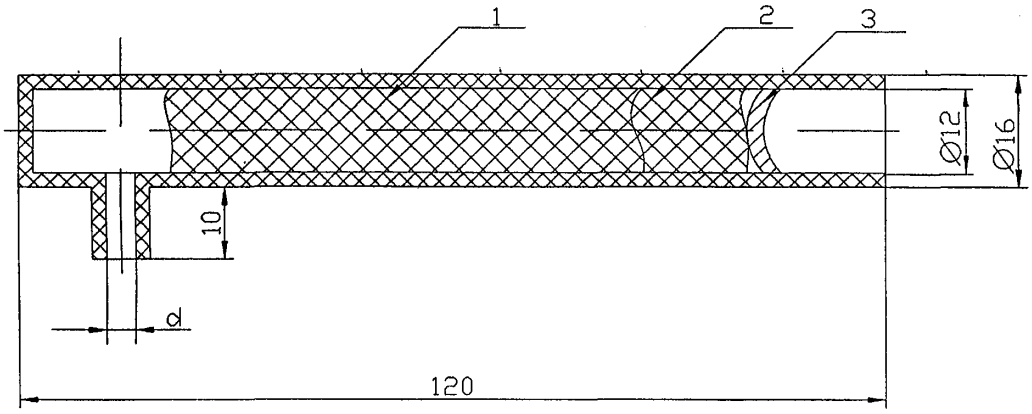
Приложение Г
«справочное»

Эскиз поглотителя Рыхтера



Приложение Д
«справочное»

Эскиз фильтровального патрона



1 – фторопластовая стружка;
2 – фториновое волокно;
3 – латунная сетка;
d – внутренний диаметр носика от 4 до 6 мм.

Приложение Е
«рекомендуемое»

Рекомендации при отборе проб из газопылевого потока после аппаратов мокрой очистки

Метод основан на изокинетическом отводе из газохода представительной части газового потока (не менее 500 м^3/час), сепарации из неё капельной влаги с помощью циклона-каплесепаратора и определении в ней массовой концентрации пыли.

С этой целью точка отбора проб оборудуется установкой включающей трубу-зонд для изокинетического отвода части газа из газохода, циклон-каплесепаратор, вентилятор, выбросную трубу со штуцером для отбора проб газа. Схема установки приведена ниже.

Труба-зонд обращена открытым отверстием навстречу потоку газа в основном газоходе. Диаметр трубы-зонда (d_3) определяют исходя из условий изокинетичности (равенства скоростей газа в основном газоходе и в трубе-зонде) и производительности вентилятора:

$$d_3 = \sqrt{\frac{Q}{3600 \cdot W_з \cdot 0.785}},$$

где Q – производительность вентилятора, м^3/час;

$W_з$ – скорость газа в трубе-зонде.

Q больше или равно 500 м^3/час.

Штуцер для отбора проб располагается на прямом вертикальном участке выбросной трубы при соблюдении условий: длина прямого участка до штуцера – не менее пяти диаметров, после – не менее трёх диаметров.

Проводят предварительный расчёт объёмного расхода газа ($Q_г$, дм^3/мин) при отборе пробы по формуле:

$$Q_г = \frac{\pi \cdot d^2 \cdot 10^{-4} \cdot w_г \cdot 10 \cdot 60}{4 \cdot \left(C_{H_2O} \cdot \frac{22,4}{M_{H_2O}} \cdot 10^{-3} + 1 \right)} = 4,71 \cdot 10^{-2} \cdot d^2 \cdot w_г / \left(C_{H_2O} \cdot 1,244 \cdot 10^{-3} + 1 \right)$$

где $Q_г$ - объемный расход газа, дм^3/мин;

C_{H2O} - соответствует массе паров воды, содержащейся в м^3 сухой газовоздушной смеси, г;

$w_г$ - скорость газа в газоходе, м/с;

d- диаметр наконенчника, мм;

10^{-4} – коэффициент пересчета из мм^2 в дм^2;

10^{-3} - коэффициент пересчета из м^3 в дм^3;

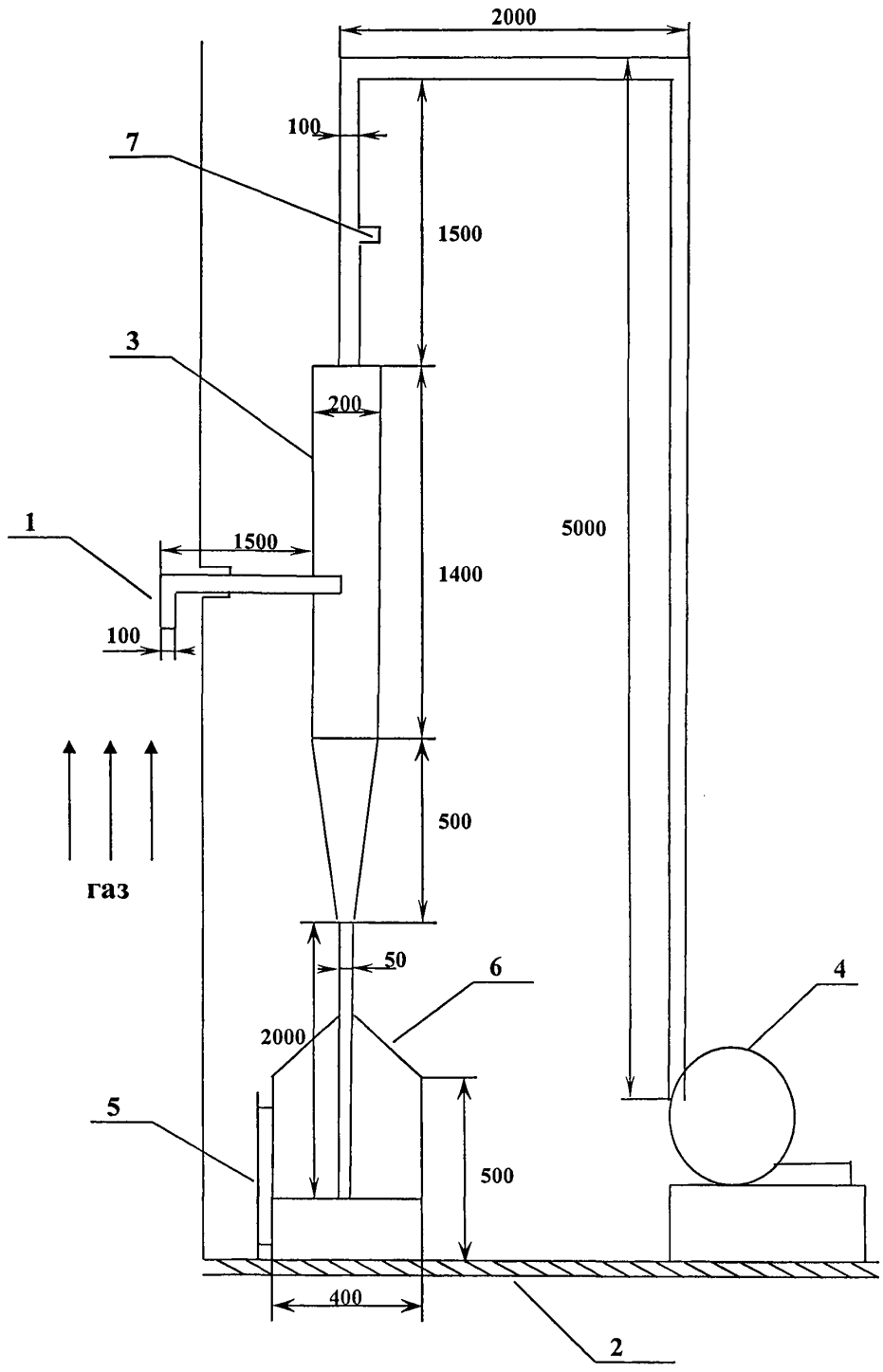
60 - коэффициент пересчета из секунд в минуты;

1 - объем сухой газовоздушной смеси, м^3;

M_{H_2O} – молярная масса воды, г/моль, M_{H_2O} = 18;

22,4 – молярный объём газа при 0 С и 101,3 кПа, дм^3/моль;

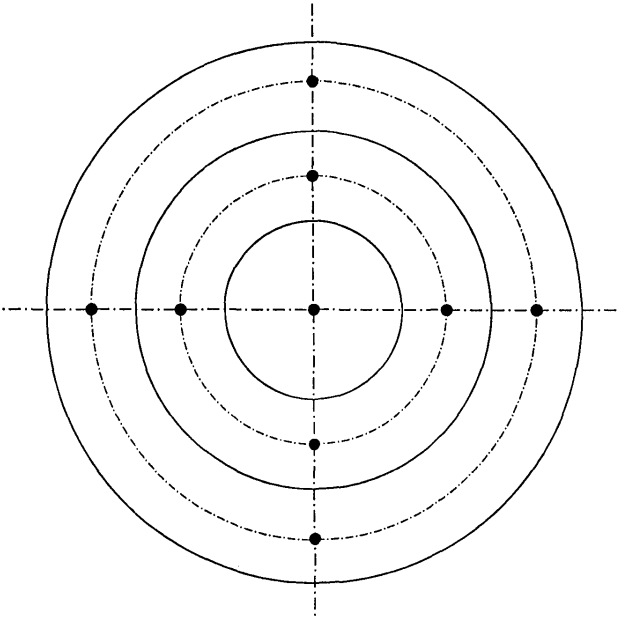
Далее в соответствии с МИ № ПрВ 2015/3 «Промышленные выбросы загрязняющих веществ в атмосферу. Методика измерений массовой концентрации пыли в газах организованных ИЗА»



1-труба изокинетического отвода части газа; 2 – площадка (выполнена из нержавеющей стали толщиной 3 мм); 3 – циклон для сепарации капельной жидкости; 4 – вентилятор производительностью 600 $м^3$/ч; 5 – уровнемер; 6 – сборник; 7 – штуцер для отбора проб.

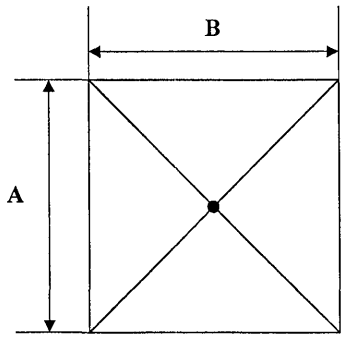
Приложение Ж
«рекомендуемое»

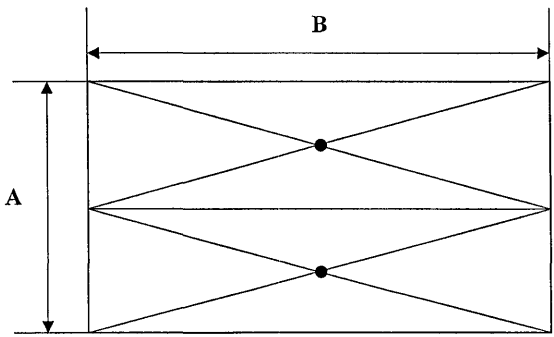
Схема распределения точек замеров в круглом газоходе

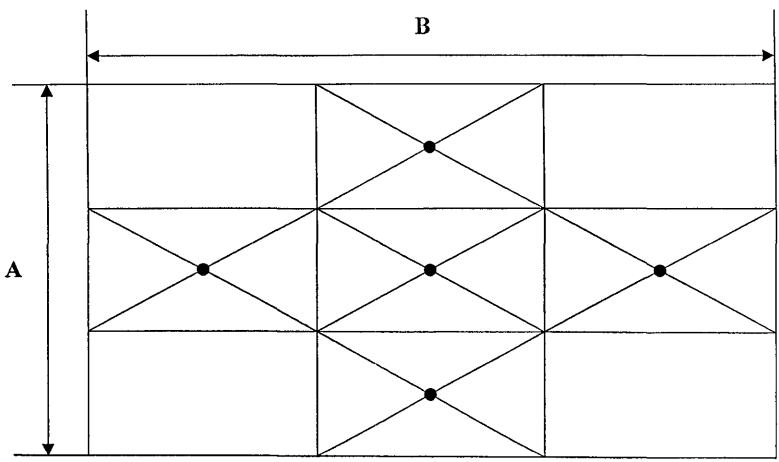


Приложение 3
«рекомендуемое»

Схема распределения точек замеров в прямоугольном газоходе

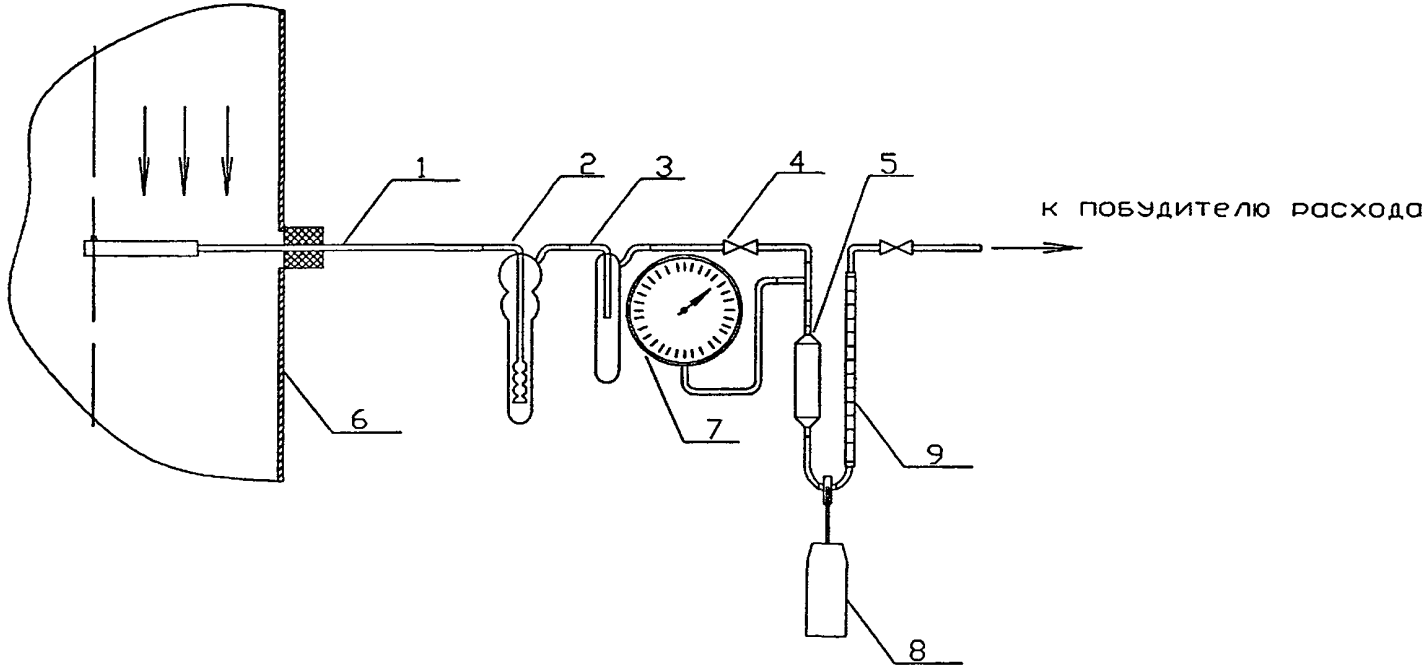






Приложение И
«справочное»

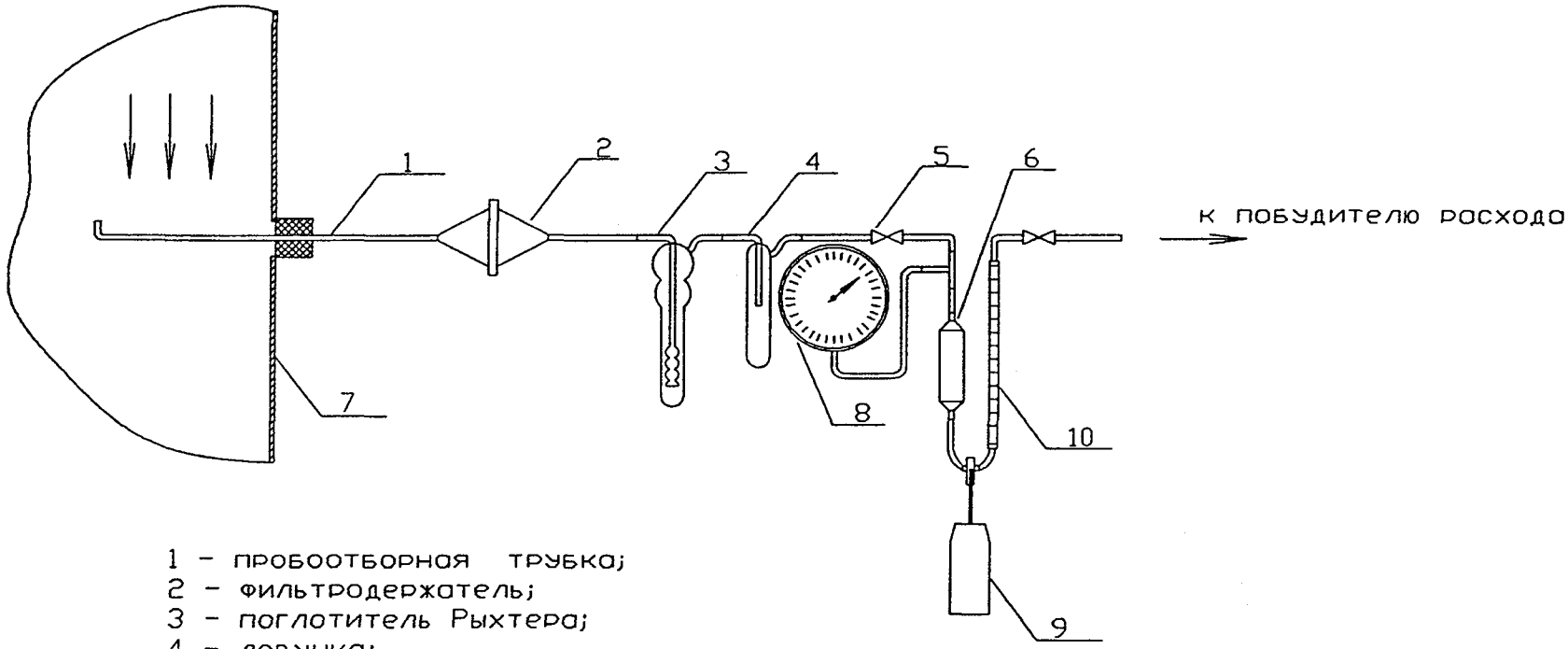
Схема отбора проб



1 – газозаборная трубка с фильтровальным патроном;
2 – поглотитель;
3 – ловушка;
4 – кран;
5 – сосуд с силикагелем;
6 – газоход;
7 – вакуумметр;
8 – термометр;
9 – ротаметр..

Приложение К
«справочное»

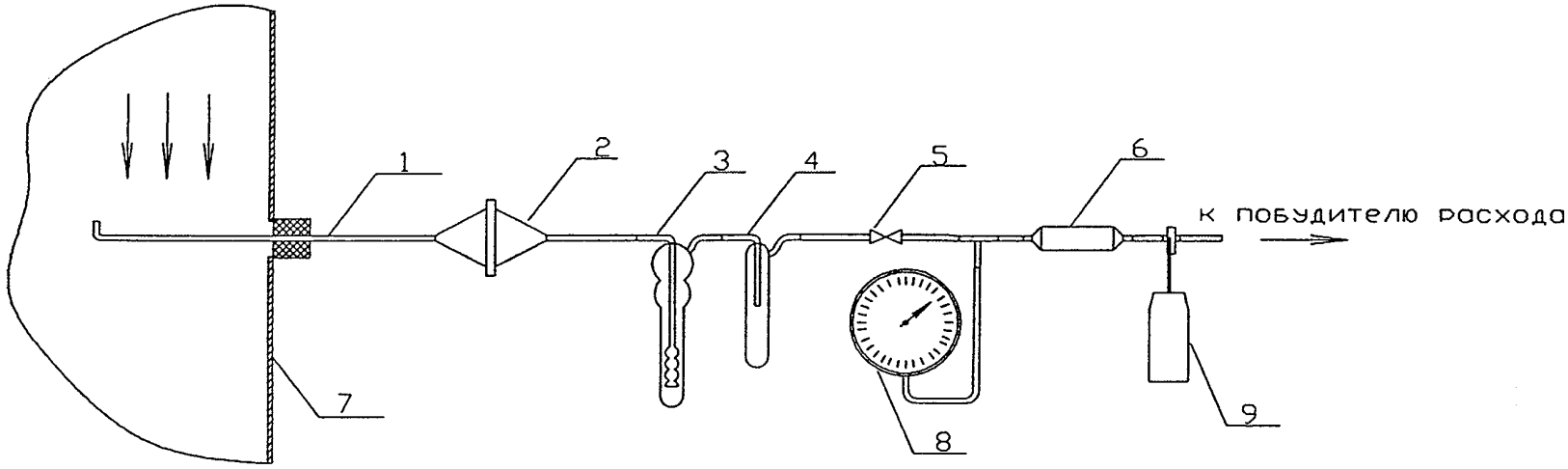
Схема отбора проб



1 – пробоотборная трубка;
2 – фильтродержатель;
3 – поглотитель Рыхтера;
4 – ловушка;
5 – кран;
6 – сосуд с силикагелем;
7 – газоход;
8 – вакуумметр;
9 – термометр;
10 – ротаметр.

Приложение Л
«справочное»

Схема отбора проб



1 – пробоотборная трубка;
2 – фильтродержатель;
3 – поглотитель Рыхтера;
4 – ловушка;
5 – кран;
6 – сосуд с силикагелем;
7 – газоход;
8 – вакуумметр;
9 – термометр.

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

FEDERAL STATE
UNITARY ENTERPRISE
"D.I.MENDELEYEV INSTITUTE
FOR METROLOGY"
(VNIIM)

ФЕДЕРАЛЬНОЕ
ГОСУДАРСТВЕННОЕ
УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ
"ВНИИМ
им.Д.И.МЕНДЕЛЕЕВА"

19, Moskovsky pr.,
St. Petersburg,
190005, Russia

Fax: 7 (812) 713-01-14
Phone: 7 (812) 251-76-01
e-mail: info@vniim.ru
http:// www.vniim.ru

190005, Россия,
г. Санкт-Петербург,
Московский пр., 19

Факс: 7 (812) 713-01-14
Телефон: 7 (812) 251-76-01
e-mail: info@vniim.ru
http://www.vniim.ru

СВИДЕТЕЛЬСТВО
CERTIFICATE

об аттестации методики (метода) измерений

№ 721/242-(01.00250)-2015

Методика измерений массовой концентрации пыли в пробах промышленных выбросов в атмосферу гравиметрическим методом, разработанная ООО «Объединенная компания РУСАЛ ИТЦ» (660111, Российская Федерация, г. Красноярск, ул. Пограничников, д. 37, строение 1) и регламентированная в документе МИ № ПрВ 2015/3 «Промышленные выбросы загрязняющих веществ в атмосферу. Методика измерений массовой концентрации пыли в газах организованных ИЗА» (Санкт-Петербург, Красноярск, 2015 г., 24 стр., взамен МВИ № ПрВ 2000/4), аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563-2009.

Аттестация осуществлена по результатам экспериментальных исследований, проведенных при разработке методики, а также теоретических исследований.

В результате аттестации методики установлено, что методика соответствует предъявляемым к ней метрологическим требованиям и обладает основными метрологическими характеристиками, приведенными на оборотной стороне свидетельства.

Дата выдачи свидетельства 14.12.2015

Директор Н.И. Ханов

МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ

Таблица 1

Объект анализа	Диапазон измерений массовой концентрации пыли, C, мг/м^3	Относительная расширенная неопределенность измерений* при коэффициенте охвата $k=2$ U^0, %
Промышленные выбросы загрязняющих веществ в атмосферу	от 10,0 до 10,0·10^3 включ.	25

Примечания:

1) Результат измерений (С мг/м^3) формируется на основе анализа одной отобранной пробы.

*2) * - соответствует границам относительной суммарной погрешности измерений (± δ, %) при Р = 0,95.*

3) Массовая концентрация пыли приведена к нормальным условиям: T_0=273 К, P_0=760 мм рт.ст., сухой газ.

4) Метрологические характеристики методики соответствуют обязательным метрологическим требованиям, указанным в Приказе Министерства природных ресурсов и экологии РФ № 425 от 07.12.2012 г.

5) Бюджет неопределенности измерений приведен в Приложении к настоящему свидетельству на 4 листах.

Нормативы

Таблица 2

Наименование операции	№ пункта в методике измерений	Контролируемая (проверяемая) характеристика	Норматив
Проверка постоянства массы фильтра (патрона)	12.1.3 12.2.3	Модуль разности результатов двух взвешиваний	(Р = 0,95) 0,5 мг
Контроль сходимости результатов двух параллельных измерений	15.1	Модуль разности результатов двух параллельных измерений, отнесенный к среднему арифметическому	(Р = 0,95) $K_{сх}$ = 20 %

Руководитель НИО государственных эталонов в области физико-химических измерений Л.А. Конопелько

Ведущий инженер Н.Н.Звягина

НИИ АТМОСФЕРА

АКЦИОНЕРНОЕ ОБЩЕСТВО
“Научно-исследовательский институт охраны атмосферного воздуха”
АО “НИИ Атмосфера”

194021, г.Санкт-Петербург, ул.Карбышева, 7, тел./факс: (812) 297-8662
E-mail: gost.e-ecolog.ru , gost.e-ecolog.ru
ОКПО: 23126426, ОГРН: 1097847184555, ИНН/КПП: 7802474128 / 780201001

ЭКСПЕРТНОЕ ЗАКЛЮЧЕНИЕ

№ 09-2/306
от 28.07.2016 г.

В АО «НИИ Атмосфера» рассмотрена методика «Промышленные выбросы загрязняющих веществ в атмосферу. Методика измерений массовой концентрации пыли в газах организованных ИЗА. МИ ПрВ-2015/3 (взамен МВИ № ПрВ 2000/4), ФР.1.31.2015.20199», разработанная ОАО «РУСАЛ ВАМИ» и ООО «РУСАЛ ИТЦ».

По результатам экспертизы методика соответствует требованиям действующих государственных стандартов и других нормативных документов в области охраны атмосферного воздуха и может быть использована для выполнения измерений массовой концентрации пыли в газах организованных источников загрязнения атмосферы в диапазоне от 10 до 10 000 мг/м^3.

Срок действия экспертного заключения на методику 5 лет.

Генеральный директор **О.А. Марцынковский**

Короленко Л.И.
Тел/факс: (812) 372-57-82
gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru